

## Disclosure 1937286

Description: Process for the production of p-xylene  
Applicant: Fried. Krupp GmbH, 4300 Essen  
Addition to Patent ....(registration P16 43 724.4)

The main disclosure concerns a process for the production of pure xylene through crystallization of p-xylene containing aromatic mixtures above the eutectic point and separation of the crystallite from the adhering mother liquor by passing through an inert medium.

According to the process of the main disclosure the pure p-xylene crystals which have been formed in the mother liquor are separated from it on a filter whereby the formed filter cake is freed of the attached liquid, which contains the impurities, in such a way that an inert medium is passed through the filter cake which displaces the residual mother liquor almost completely from the filter cake.

Prerequisite for obtaining a sufficiently high p-xylene concentration in the crystals is sufficiently high bed densities of the filter cake to increase the flow area of the inert medium and with it obtain sufficient kinetic energy to overcome the interfacial tension of crystal- mother liquor.

In an execution of the process after the main disclosure it was proposed already to increase the bed density of the filter cake in a mechanical way, for example by pressing it with a roller. However, using rollers, it often could not be avoided that the crystals adhered partially to the surface of the rollers.

This invention concerns the increase of the purity of the filter cake especially without the use of mechanical pressing aids.

The objective was solved according to the invention in that the inert medium is passed through the filter cake at a temperature of maximum 16 °C, preferentially from 12 to 16°C. Air is preferentially used as the inert medium in the process.

In a preferred execution of the invention, the inert medium is cooled with the filtrate from the filter prior to passing it through the filter cake. The inert medium can be circulated in a closed circuit.

During the execution of the process of the main disclosure after the inventive improvement the crystalline p-xylene forms a dense filter cake with uniform fine pores over the total volume during the total time while it is contacted with the inert medium. The maintenance of a filter cake with fine pores gives the decisive advantage to the inventive process compared to the process of the main disclosure, since for a constant mass through-put the kinetic forces of the inert flow medium are larger due to the small flow areas in the pores compared to them in a filter cake with large pores, which improves the removal of the impurities containing liquid film.

The application of the inventive process is especially advantageous when the bed density has values of over 0.5 g/cc.

The process according to this invention is exemplified with the following example:  
From a suspension of p-xylene crystals in a liquid C8-aromatic mixture, the crystals are separated from the filtrate on a typical laboratory rotary cell filter with a 0.5 m<sup>2</sup> filter surface and liberated from the residual mother liquor by sucking air as inert medium through the filter. The suspension had a temperature of -67°C and a p-xylene content of

23 wt. %. More than half of it (13 wt.-%) was present as crystals. The filter cake was 25 mm high and covered 0.275 m<sup>2</sup> of the filter surface. The retention time of the p-xylene crystals in the air stream was 9 minutes, calculated from the emersion from the suspension to the removal from the filter with a wiper. The air passed through the cake was recirculated and had a temperature of 15°C. The amount of air was 225 Nm<sup>3</sup>/h per m<sup>2</sup> filter cake surface.

Behind the filter cake there exists a vacuum of 0.47 at. The experiment was carried out continuously over several hours. In regular intervals, samples were taken from the filter cake and from the filtrate and analyzed. The filtrate contained 14.2 wt.-% p-xylene. In the removed filter cake a purity of 99. Wt.-% p-xylene was obtained.

The amount of air in a special execution of the process is chosen such that the pressure loss within the filter cake is more than 150 torr.

## Patent Claims

1. Process for the production of pure p-xylene by crystallization of p-xylene from aromatic mixtures above the eutectic point and separation of the crystallite as well as removal of the crystallite from the adhering mother liquor on a filter by passing an inert medium through the crystals forming a filter cake according to patent (registration P 1643 724.4), characterized by the fact that the inert medium is passed through the filter cake with a temperature of at most 16°C, preferentially 12-16°C.
2. Process according to claim 1, characterized by the fact that the inert material is air.
3. Process according to claim 1 or 2, characterized by the fact that the inert medium prior to passing through the filter cake is cooled with the exiting filtrate.
4. Process according to claim 3, characterized by the fact that the inert medium is circulated in a closed circuit.
5. Process according to one of the above claims characterized by the fact that the pressure drop within the filter cake is more than 150 torr.

51

Int. Cl.:

C 07 c, 7/14

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

52

Deutsche Kl. 12 o, 1/04

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 1937 286

Aktenzeichen: P 19 37 286.2

Anmeldetag: 23. Juli 1969

Offenlegungstag: 24. Februar 1972

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Fried. Krupp GmbH, 4300 Essen

Vertreter gem. § 16 PatG: —

72

Als Erfinder benannt. Schauerte, Karlheinz, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat.;  
Niebes, Walter, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat., 4300 Essen;  
Antrag auf Nichtnennung; Beckmann, Hans, 4300 Essen

Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

DT 1937 286

FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT  
BESCHRÄNKTER HAFTUNG IN ESSEN

Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol

Zusatz zum Patent ..... (Anmeldung P 16 43 724.4)

Die Hauptanmeldung bezieht sich auf ein Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol durch Kristallisation von p-Xylol-haltigen Aromaten-Gemischen oberhalb des eutektischen Punktes und Abtrennung des Kristallisats von anhaftender Mutterlauge durch Hindurchtreiben eines inerten Mediums.

Nach dem Verfahren der Hauptanmeldung werden die reinen p-Xylol-Kristalle, die sich durch Auskristallisieren in der Mutterlauge gebildet haben, von dieser auf einem Filter weitgehend getrennt, wobei der entstehende Filterkuchen von noch anhaftender Flüssigkeit, die die Verunreinigungen enthält, in der Weise befreit wird, daß durch den Filterkuchen ein inertes Medium getrieben wird, das die restliche Mutterlauge aus dem Filterkuchen nahezu vollständig verdrängt.

Voraussetzung zum Erreichen einer genügend hohen p-Xylol-Konzentration in den Kristallen ist eine genügend hohe Schüttdichte des Filterkuchens, um die Strömungsquerschnitte des inerten Mediums zu erhöhen und damit genügend kinetische Energie zum Überwinden der Grenzflächenspannung Kristall-Mutterlauge zur Verfügung zu haben.

Bei einer Ausgestaltung des Verfahrens nach der Hauptanmeldung ist bereits vorgeschlagen worden, die Schütt-

dichte des Filterkuchens auf mechanischem Wege, beispielsweise durch Anpressen mit Hilfe von Walzen, zu erhöhen. Jedoch ließ sich bisher bei der Verwendung von Anpreßwalzen oftmals nicht vermeiden, daß die Kristalle teilweise an der Oberfläche der Walzen anklebten.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Reinheit des Filterkuchens zu erhöhen, insbesondere ohne die Verwendung mechanischer Anpreßmittel.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das inerte Medium mit einer Temperatur von höchstens  $16^{\circ}\text{C}$  vorzugsweise von  $12 - 16^{\circ}\text{C}$  durch den Filterkuchen getrieben wird. Als inertes Medium wird bei dem Verfahren vorzugsweise Luft verwendet.

Bei einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird das inerte Medium, bevor es auf den Filterkuchen geleitet wird, mit Filtrat aus dem Filter gekühlt. Das inerte Medium kann zweckmäßigerweise in einem geschlossenen Kreislauf geführt werden.

Bei der Durchführung des Verfahrens der Hauptanmeldung nach der erfindungsgemäßen Verbesserung weist das Kristalline p-Xylol auf dem Filter während der gesamten Zeit, in der es von dem inerten Medium umströmt wird, einen dichten und über das gesamte Volumen einheitlichen feinporigen Filterkuchen auf. Das Einhalten eines feinporigen Filterkuchens stellt den entscheidenden Vorteil der erfindungsgemäßen Verbesserung gegenüber dem Verfahren der Hauptanmeldung dar. Denn bei einem konstanten Mengendurchsatz sind in einem feinporigen Filterkuchen die kinetischen Kräfte des inerten Strömungsmediums wegen der kleinen Strömungsquerschnitte in den Poren größer als diejenigen in einem großporigen Filterkuchen,

wodurch der die Verunreinigungen enthaltende Flüssigkeitsfilm von den Kristallen besser entfernt wird.

Die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist besonders vorteilhaft, wenn die Schüttdichte Werte von über  $0,5 \text{ g/cm}^3$  aufweist.

Das Verfahren nach der vorliegenden Erfindung sei an dem folgenden Beispiel erläutert:

Auf einem Drehzellenfilter üblicher Bauart für Versuchszwecke mit  $0,5 \text{ m}^2$  Filterfläche wurden aus einer Suspension von p-Xylol-Kristallen in einem flüssigen  $\text{C}_8$ -Aromaten-Gemisch die Kristalle als Filterkuchen vom Filtrat abgetrennt und durch Hindurchsaugen von Luft als inertem Medium von den Resten der Mutterlauge befreit. Die Suspension hatte eine Temperatur von  $-67^\circ \text{ C}$  und einen Gehalt an p-Xylol von 23 Gew. %. Hier- von lag mehr als die Hälfte (13 Gew %) in Kristallform vor. Der Filterkuchen war 25 mm dick und bedeckte  $0,275 \text{ m}^2$  der Filterfläche. Die Verweilzeit der p-Xylol-Kristalle im Luftstrom betrug 9 Minuten, gerechnet vom Auftauchen aus der Suspension bis zur Abnahme vom Filter durch einen Abstreifer. Die durch den Kuchen getriebene Luft wurde im Kreislauf geführt und hatte eine Temperatur von  $15^\circ \text{ C}$ . Die Luftmenge betrug  $225 \text{ Nm}^3/\text{h}$  pro  $\text{m}^2$  Filterkuchenfläche.

Hinter dem Filterkuchen herrschte ein Unterdruck von 0,47 at. Der Versuch wurde kontinuierlich über mehrere Stunden gefahren. In regelmäßigen Abständen wurden Proben vom Filterkuchen und vom Filtrat gezogen und analysiert. Das Filtrat enthielt 14,2 Gew. % p-Xylol erreicht. Im abgenommenen Filterkuchen wurde eine Reinheit von 99,2 Gew.-% p-Xylol erreicht.

Die Luftmenge wird in besonderer Ausgestaltung des Verfahrens so gewählt, daß der Druckverlust innerhalb des Filterkuchens mehr als 150 Torr beträgt.

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Verfahren zur Gewinnung von reinem p-Xylol durch Kristallisation von p-Xylol aus Aromaten-Gemischen oberhalb des eutektischen Punktes und Abtrennung des Kristallisats sowie Befreiung des Kristallisats von anhaftender Mutterlauge auf einem Filter durch Hindurchtreiben eines inerten Mediums durch die einen Filterkuchen bildenden Kristalle nach Patent ... (Anmeldung P 16 43 724.4), dadurch gekennzeichnet, daß das inerte Medium mit einer Temperatur von höchstens  $16^{\circ}\text{C}$  vorzugsweise von  $12 - 16^{\circ}\text{C}$ , durch den Filterkuchen getrieben wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als inertes Medium Luft verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das inerte Medium, bevor es auf den Filterkuchen geleitet wird, mit dem aus dem Filter austretenden Filtrat gekühlt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das inerte Medium in einem geschlossenen Kreislauf geführt wird.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Druckabfall innerhalb des Filterkuchens mehr als 150 Torr beträgt.

EV 9/69  
Pf/Bl